

P(7/F) 2004/002467

REC'D. 1 0 DEC 2004

WIPO

PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 18 AOUT 2004

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE

SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04 Télécople : 33 (0)1 53 04 45 23

Medula Project

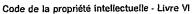
CREE PAR I.A LOI Nº 51-444 DU 19 AVRIL 1951





BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ





Pour vous informer: INPI DIRECT . (D) NSIntilizo) 0 825 83 85 87

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2



Télécopie : 33 (0)1 53 0)4 52 65		Cet imprimé est à remplir	lisiblement à l'encre noire	DB 540 @ W / 03010
75 INP N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR DATE DE DÉPÔT ATTRIBU PAR L'INPI	uée - 8 OCT, 2		À QUI LA CORRES	Estienne d'Orves	
Vos références p (facultatif)	pour ce dossier BFF 03PC)152	0		5
	un dépôt par télécopie	☐ N° attribué par	l'INPI à la télécopie		
NATURE DE	LA DEMANDE	Cochez l'une des	4 cases suivantes		
Demande de	The state of the s	图			
Demande de	certificat d'utilité				
Demande divi	risionnaire				
	Demande de brevet initiale	N _o	D	Date LILLI	1
ou dem	nande de certificat d'utilité initiale	N₀.		Date L. L. L.	1_
Transformation	on d'une demande de			1 1	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
	éen Demande de brevet initiale 'INVENTION (200 caractères ou	No		Date [] I	
obtenu plat.	ce grine do reacoc	· ·	e nucléaire réali	isco a parcir de	-
plat.	ON DE PRIORITÉ	Pays ou organisatio	n	v°	_
plat. DÉCLARATION OU REQUÊT		Pays ou organisatio	n N		
plat. DÉCLARATION DU REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A	ON DE PRIORITÉ LE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au	n n n n n n itres priorités, cochez la	γ° γ° γ° a case et utilisez l'impri	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
plat. DÉCLARATION DU REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au	n n n n n n itres priorités, cochez la	л. л. л.	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
plat. DÉCLARATION DE REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A DEMANDEU No.	ON DE PRIORITÉ LE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases)	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Rersontie the	n n n n n n itres priorités, cochez la	V° V° a case et utilisez l'impri	imé «Suite»
DÉCLARATION DE LA DATE DE DEMANDE A DEMANDE DE LA DESCRIPCION DEL DESCRIPCION DE LA DESCRIPCION DEL DE	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Iton sociale	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Rersontie the	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	V° V° a case et utilisez l'impri	mé «Suite»
plat. DÉCLARATION DE REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A DEMANDEU No.	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Iton sociale	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Rersonne n	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	V° V° a case et utilisez l'impri	imé «Suite»
DÉCLARATION OU REQUÊT LA DATE DE DEMANDE A DEMANDEU Non Prenoms Forme juridiq	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) tion sociale	Pays ou organisatio Date	n n n n n tres priorités, cochez la prorale prorale proprenne Du ZIRCO	V° V° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS	mé «Suite»
DÉCLARATION OU REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A DEMANDEU Nom OU DESTRUMAN Prenoms Forme-juridiq N° SIREN Cage APE-NA Somicile	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Tion sociale Tue AF Rue	Pays ou organisatio Date	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	V° V° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS	imé «Suite»
DÉCLARATION DE PRENOMS FORMS JURISIAN DE LA DEMANDE A DEMANDE DE LA DEL DEMANDE DE LA DEMANDE DE LA DEMANDE DE LA DEL DEL DE LA DEL	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Tion sociale	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Personne n COMPAGNIE EU Société Anon 071500763 To	n n n n n tres priorités, cochez la prorale prorale proprenne Du ZIRCO	V° V° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
DÉCLARATION OU REQUÊT LA-DATE DE DEMANDE A DEMANDE A Prenoms Forme juridiq N° SIREN Code APE-NA Jornicile	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Tion sociale Tue AF Rue	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Personne n COMPAGNIE EU Société Anon [071500763] To FRANCE	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	V° V° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
DÉCLARATION DE REQUÊT LA DATE DE DEMANDE A DEMANDE A PENANDEU NO SIREN. Cone APENA Cone APENA Cone APENA Cone APENA Cone APENA Cone APENA	ON DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Tion sociale que AF Rue Code-postal-et-ville Pays	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Personne n COMPAGNIE EU Société Anon 071500763 To	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	N° N° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS e de la Coupole	imé «Suite»
DÉCLARATION OU REQUÊT LA DATE DE DEMANDE A DEMANDE A PRENORS Forme juridiq N° SIREN. Cage APE-NA Jamicile ationalité de télépho	OM DE PRIORITÉ TE DU BÉNÉFICE DE E DÉPÔT D'UNE ANTÉRIEURE FRANÇAISE JR (Cochez l'une des 2 cases) Ition sociale TUE Rue Code-postal-et-ville	Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date Pays ou organisatio Date S'il y a d'au Personne n COMPAGNIE EU Société Anon [071500763] To FRANCE	n n n n n n n n n n n n n n n n n n n	N° N° a case et utilisez l'impri Personne physique ONIUM-CEZUS e de la Coupole	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 2/2



BR2

REM DATE	ISE DES PIÈCES	Réservé à l'INPI				
LIEU		7 2003				
Vio U	O INI'' ENREGISTREMENT	I PARIS	_			
	ONAL ATTRIBUÉ PAR	UINPI 0311767	7		DB 540 W / 03010	
G	MANDATĂIŘE	(s'il y a lieu)			というない とうしょう かんしょう かんしょう かんしょう かんしょう かんしょう かんしょう かんしょう かんしょう しゅうしゅ かんしょう しゅうしゅう しゅう	
	Nom				a Artendrium () white of the statement	
	Prénom	44 17 177 COLOMB	-			
-	Cabinet ou So	ciété	CABINET LAVO	TX	de la companya del companya de la companya del companya de la companya del la companya de la com	
	· ·	permanent et/ou				
	de lien contractuel					
		Rue	2 Place d'Es	ienne d'Orves		
ł	Adresse	Code postal et ville	75441; PAR	S CEDEX 09		
		Pays	FRANCE			
<u>.</u>	N° de téléphor		01 53 20 14 2	0 14 20		
	N° de télécopie		01 48 74 54 56			
		électronique (facultatif) brevets@cabinet-lavoix.com			The state of the s	
Z	INVENTEUR (S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques			
		rs et les inventeurs	☐ Oui			
	sont les même		Non: Dans c	e cas remplir le formu	daire de Désignation d'inventeur(s)	
8	RAPPORT DE	RECHERCHE	Uniquement pour	une demande de brev	et (y compris division et transformation)	
		Établissement immédiat ou établissement différé				
	Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt Oui Non			
9	RÉDUCTION D		Uniquement pour	les personnes physiqu	les	
	DES REDEVAI	ICES	Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)			
			Obtenue antérie	urement à ce dépôt pou	r cette invention (joindre une copie de la	
			décision d'admission	à l'assistance gratuite ou	indiquer sa référence): AG	
10	SÉQUENCES I ET/OU D'ACID	DE NUCLEOTIDES DES AMINÉS	☐ Cochez la case s	i la description contient	une liste de séquences	
	Le support élect	tronique de données est joint		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
	séquences sur	de conformité de la liste de support papier avec le nique de données-est jointe				
		tilisé l'imprimé «Suite»,				
		mbre de pages jointes				
		U DEMANDEUR	B. DOMENEGO		VISA DE LA PRÉFECTURE	
	OU-DU-MANDA		nº 00-0500		OU DE L'INPI	
-	-{!Vom-et-qualit	té-du-signataire)	O		1/2	
			13. Danie	W		
						

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

L'invention concerne le domaine des produits plats (tôles et feuillards) en alliage de zirconium utilisés, notamment, pour fabriquer des éléments d'un réacteur de centrale nucléaire à eau légère.

Dans les réacteurs nucléaires à eau légère, les grilles en alliage de zirconium qui maintiennent les crayons (les tubes renfermant le combustible) forment des cellules dans lesquelles les crayons sont insérés et maintenus par des ensembles de moyens rigides et de moyens élastiques.

5

10

15

20

25

30

Ces grilles sont soumises à des phénomènes de croissance sous irradiation, sous l'effet desquels les dimensions des cellules se modifient au fil de l'utilisation du réacteur. Cette modification rend le maintien des crayons de plus en plus lâche, et les grilles finissent par ne plus jouer leur rôle de façon satisfaisante.

Il a été proposé dans le document EP-A-0 220 060 de réaliser ces grilles à partir d'un produit plat en alliage de zirconium entièrement recristallisé possédant une texture particulière. Cette texture est telle que les facteurs de Kearns mesurés selon la direction transversale et la direction longitudinale de la cellule, lorsque la grille est en place, sont combinés pour que l'irradiation de la grille au cours du fonctionnement du réacteur provoque une contraction de la cellule et non une augmentation de sa section. Ainsi, le serrage exercé par la grille sur les crayons tend à augmenter au lieu de diminuer.

Il faut noter que le document EP-A-0 220 060 ne propose pas de procédé permettant d'obtenir effectivement la texture recherchée. On connaît des procédés permettant d'obtenir cette texture, mais ils ne peuvent être utilisés en raison de problèmes majeurs de tenue à la corrosion du réacteur.

Le but de l'invention est de proposer un procédé d'élaboration d'un produit plat, tôle ou feuillard, d'alliage de zirconium comportant notamment comme élément d'addition du niobium et non recristallisée à 100%, destinée notamment à la fabrication de grilles de réacteurs de centrales nucléaires à eau légère, résolvant les problèmes liés à la croissance sous irradiation du métal, tout en conservant des propriétés de tenue à la corrosion suffisantes.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce que :

- on élabore un lingot d'alliage de zirconium de composition, en pourcentages pondéraux ;

$$- Nb = 0.5 \text{ à } 3.5\%$$

$$-Sn = 0 à 1,5%$$

$$-Fe = 0 à 0.5\%$$

$$-Cr + V = 0 \text{ à } 0.3\%$$

- S = 0 à 100ppm

5

10

20

25

- O = 0 à 2000ppm

- Si = 0 à 150ppm

le reste étant du zirconium et des impuretés résultant de l'élaboration

on met en forme ledit lingot

- on exécute un ou plusieurs laminages à chaud dudit lingot mis en forme, pour obtenir un produit plat, le dernier desdits laminages à chaud étant exécuté entre (810-20xNb%)°C et 1100°C et n'étant suivi d'aucune opération de trempe depuis la phase $\alpha+\beta$ ou β

- on exécute éventuellement un recuit du produit plat à une température n'excédant pas 800°C;
- on exécute un ou plusieurs cycles de laminage à froid et recuit du produit plat, lesdits recuits n'ayant pas lieu à plus de 800°C.

Dans un exemple de mise en œuvre, la teneur en Nb de l'alliage est de 0,5 à 1,5%.

Ledit dernier laminage à chaud est exécuté de préférence à une température de \pm 130°C autour de la température du transus α + β \rightarrow β de l'alliage.

Ledit dernier laminage à chaud est exécuté de préférence entre 900 et 1030°C.

L'invention concerne_également_un_produit_plat-d'alliage-de-zirconium présentant un facteur de_Kearns FT compris-entre-0,30-et 0,70, caractérisé en ce qu'il-est obtenu par le procédé précédent.

L'invention concerne enfin une grille de maintien des crayons de combustible dans un réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par mise en forme d'un produit plat du type précédent.

5

10

15

20

25

30

Comme on l'aura compris, l'invention consiste à élaborer un produit plat, qu'on peut qualifier de tôle ou de feuillard selon son épaisseur finale, présentant une excellente stabilité dimensionnelle sous irradiation dans le sens travers (par rapport à la direction de laminage). Cette stabilité dimensionnelle résulte de l'obtention, après l'élaboration du produit plat, d'une texture telle que le facteur de Kearns dans le sens travers FT soit supérieur ou égal à 0,30, dans la pratique compris entre 0,30 et 0,70, contre moins de 0,25 dans les procédés standard actuels et 0,4 à 0,5 dans le procédé de EP-A-0 220 060 qui, par ailleurs, exige un état entièrement recristallisé du produit plat, non nécessaire dans le cas de l'invention. De cette façon, si on découpe la tôle selon une direction judicieusement choisie pour constituer, après formage, la grille de réacteur selon l'invention, on obtient une grille présentant une excellente stabilité dimensionnelle sous irradiation dans la section des cellules de maintien des crayons. On évite, ainsi à la fois des problèmes liés à un relâchement excessif du maintien des crayons ou, au contraire, à un serrage, à terme excessif, des crayons dans les, cellules.

Ce résultat est obtenu par l'application à un alliage Zr-Nb (pouvant aussi contenir un ou plusieurs des éléments Sn, Fe, Cr, V, S, O et Si à des teneurs significatives) de traitements thermiques et thermomécaniques qui seront décrits plus loin.

On rappelle que le grandissement des grilles sous irradiation est lié à trois paramètres :

- la texture de la tôle ou du feuillard, sur laquelle on peut jouer pour obtenir un facteur de Kearns allant dans le sens d'un grandissement ou d'un rétrécissement suivant un axe privilégié (croissance libre); un facteur de Kearns inférieur à 0,33 dans une direction donnée correspond à une croissance libre donnant lieu à un grandissement dans cette même direction, et un facteur de Kearns supérieur à 0,33 correspond à une croissance libre donnant-lieu-à un rétréeissement;

5

15

20

- la corrosion/oxydation qui va toujours dans le sens du grandissement ;
 - l'hydruration qui va également dans le sens du grandissement.

Les traitements thermiques et thermomécaniques selon l'invention, en combinaison avec la composition de l'alliage auquel il sont appliqués, permettent de moduler le facteur de Kearns dans le sens travers FT de façon à ce que, compte tenu de la morphologie et des conditions d'utilisation futures de la grille (par exemple la température et la puissance linéique du réacteur dont elle fait partie), on n'observe qu'une croissance sous irradiation faible ou nulle.

Dans les cas où la corrosion/oxydation et/ou l'hydruration seront faibles, on aura intérêt à obtenir un FT proche de 0,33.

Dans les cas où la corrosion/oxydation et l'hydruration seront plus importantes, on aura intérêt à obtenir un FT plus élevé (jusqu'à 0,70) pour que la croissance sous irradiation résultant de ces phénomènes soit compensée par un rétrécissement par croissance libre résultant de la texture obtenue.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui montre à titre de référence des figures de pôles d'un échantillon de produit plat en alliage Zr-Nb à environ 1% de Nb ayant subi un dernier laminage à chaud à 780°C ;
- la figure 2 qui montre des figures de pôles d'un échantillon de produit plat en alliage Zr-Nb à environ 1% de Nb ayant subi un dernier laminage à chaud à 900°C selon l'invention.

Les alliages de zirconium auxquels l'invention s'applique contiennent 25 (les pourcentages sont pondéraux) :

- de 0,5 à 3,5% de Nb, en particulier 0,5 à 1,5% ;
- de préférence jusqu'à 1,5% de Sn ;
- de préférence jusqu'à 0,5% de Fe ;
- de préférence du Cr et/ou du V, avec Cr + V ≤ 0,3% ;
- 30 éventuellement du soufre, jusqu'à 100ppm;
 - éventuellement de l'oxygène, jusqu'à 2000ppm ;
 - éventuellement du silicium, jusqu'à 150ppm ;

- et les impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Selon l'invention, après élaboration et mise en forme d'un lingot présentant la composition précitée, on exécute un ou plusieurs laminages à chaud. Ce laminage à chaud (le dernier d'entre eux s'il y en a plusieurs) doit avoir lieu alors que l'alliage de zirconium est dans l'un des domaines $\alpha + \beta$ ou β , et plus précisément selon l'invention, entre une température minimale qui est fonction de la teneur en Nb de l'alliage et 1100°C. La température minimale pour ce dernier laminage à chaud est égale (en °C) à 810-20xNb%. Pour un alliage à 0,95% de Nb, elle est donc de 791°C. Pour un alliage à 2,5% de Nb, elle est donc de 760°C. Dans la pratique, il est préférable de chercher à travailler à environ 10°C au dessus de cette limite pour s'assurer une marge de manœuvre convenable. De préférence cette température du dernier laminage à chaud est située à \pm 130°C autour du transus $\alpha + \beta \rightarrow \beta$; la plage de températures optimale est le plus souvent de 900 à 1030°C. Le taux de réduction de ce dernier laminage à chaud est typiquement compris entre 50 et 95%.

Il est impératif que ce dernier laminage à chaud dans le domaine $\alpha+\beta$ ou β ne soit suivi d'aucune opération de trempe à partir de ce même domaine. En effet, il y aurait alors formation de β Zr à chaud qui ferait perdre la texture lors dé la trempe. On retomberait alors sur des produits présentant des caractéristiques non conformes à l'invention.

Après ce laminage à chaud et un recuit éventuel, le produit plat obtenu subit les recuits et laminages à froid habituels, les recuits n'ayant pas lieu à plus de 800°C.

Il n'est pas indispensable que le produit plat obtenu à la fin du traitement soit dans l'état entièrement recristallisé. La condition FT = 0,30 à 0,70, qui garantit une faible croissance sous irradiation dans la direction travers, peut exe satisfaite même avec un produit plat à l'état détendu ou partiellement recristallisé si les conditions de l'invention sont respectées.

A titre d'exemple, une série d'essais a été réalisée sur un lingot d'alliage de zirconium ayant la composition (en pourcentages pondéraux) :

$$Nb = 0.95\%$$
 $O = 1350ppm$ $Fe = 0.037\%$

$$C_{r}=-40ppm$$
 $S = 11-21ppm$ $C = 22ppm$



5

10

15

20

25

N = 22ppm

Ai = 12ppm

Sur ce lingot de diamètre 660mm ont été réalisés sept types de traitements thermomécaniques : quatre essais de référence (E1 et E4) et trois essais conformes à l'invention (E5 à E7), selon les indications du tableau 1.

Deux autres essais selon l'invention (E8 et E9) ont été réalisés sur un lingot de diamètre 660mm et de composition :

Nb = 2,50%

Fe = 0.05%

O = 1300ppm

10

Si = 50ppm.

Le tableau 1 décrit ces divers traitements.

Forgeage du référence répaisseur répaisseu		E1	E2	E3	E4	E5	93	E7	E8	E9
ge de la 900°C (α + β) épaisseur 200mm ge de la 945°C (α + β) épaisseur 100mm ge de la 945°C (α + β) épaisseur 100mm striaire Oui PASO°C (α + β) épaisseur 30mm striaire Oui PASO°C (α + β) épaisseur 6paisseur 6pais		référence	référence			invention	invention	invention	invention	invention
ge de la 900°C (α + β) épaisseur 100mm ge de la 945°C (α + β) épaisseur 30mm stlaire Oui non stlaire A,7mm épaisseur dépaisseur ge à froid o,425mm 4,7mm				- α) ο ₀ 006	- β) épaisser	ur 200mm			900°C (β)	1050°C (β)
ge de la 900°c (α + β) épaisseur 100mm ge de la 945°c (α + β) épaisseur 30mm se β non sklaire Oui non kje a isseur 780°C 700°C 900°C 960°C depaisseur 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm continu continu 700°C 700°C 700°C 700°C reles de Epaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm Epaisseur 0,425mm Epaisseur 0,425mm	fingot								épaisseur 200mm	épaisseur 200mm
ge à 945°c (α + β) épaisseur 30mm stiaire Oui non non 4,7mm épaisseur 0,6mm 700°C continu 700°C 700°C cles de Epaisseur ge à froid 0,425mm Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,6mm	Forgeage de la			- 2006 β	- β) épaisseı	ur 100mm			900°C (β)	780°C (α+β)
age à 945°c (α + β) épaisseur 30mm e β non agie à 780°C; épaisseur 780°C 700°C 900°C 960°C agie à 77mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm continu continu Epaisseur 500°C 960°C 960°C ycles de Fpaisseur 4,7mm 4,7mm 4,7mm ge à froid 0,425mm Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm	brame								épaisseur 100mm	épaisseur 100mm
e β non scliaire Oui non age 780°C; épaisseur 780°C 700°C 900°C 960°C 4,7mm épaisseur épaisseur épaisseur épaisseur épaisseur continu 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm ycles de Epaisseur 700°C 700°C ge à froid 0,425mm Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm				945°c (a	+ β) épaisse	ur 30mm			945°C (β)	945°C (β)
e β Oui non agle à 780°C; épaisseur 780°C 700°C 900°C 960°C agle à 7mm épaisseur épaisseur épaisseur épaisseur continu 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm ycles de Epaisseur 700°C 700°C ycles de Epaisseur 6,425mm Epaisseur 0,425mm	chaud								épaisseur 30mm	épaisseur 20mm
édiaire Oui non agle à 780°C; épaisseur 780°C 700°C 900°C 960°C 4,7mm épaisseur épaisseur épaisseur épaisseur continu 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm ycles de Epaisseur Epaisseur 700°C ycles de Épaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm										
age à 780°C; épaisseur 780°C 700°C 900°C 960°C 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm continu 2,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm ycles de Epaisseur 700°C ycles de Epaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm	intermédiaire	0	i.				non			oui
continu 4,7mm épaisseur épais		780°C, é	paisseur	780°C	700°C	೨.006	೨.006	၁.096	945°C	780°C
de Epaisseur oid 0,425mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 4,7mm 700°C 5mm	chaud	4,7	шш	épaisseur	épaisseur	épaisseur	épaisseur	épaisseur	épaisseur	épaisseur
de Epaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm				4,7mm	4,7mm	4,7mm	4,7mm	4,7mm	4,7mm	9шш
les de Epaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm	Recult continu	 								
les de Epaisseur Epaisseur 0,6mm Epaisseur 0,425mm						7	00 ₀C			
	N cycles de laminage à froid			Epaisse	ur 0,6mm		Epaisseur 0	,425mm	Epaisseur 2,0mm	Epaisseur 0,5mm
	et recuit	1								

Tableau 1



Les textures des produits plats obtenus à la suite de ces essais ont été déterminées. On a obtenu les facteurs de Kearns FN, FT et FL figurant dans le tableau 2.

	Epaisseur (mm)	FN	FT	FL
Essai 1	0,425	0,687	0,230	0,082
(référence)				
Essai 2	0,6	0,709	0,208	0,083
(référence)				
Essai 3	0,6	0,649	0,270	0,082
(référence)				
Essai 4	0,6	0,649	0,269	0,084
(référence)				
Essai 5	0,6	0,627	0,300	0,073
(invention)				
Essai 6	0,425	0,622	0,306	0,072
(invention)				
Essai 7	0,425	0,594	0,339	0,068
(invention)				
Essai 8	2,0	0,308	0,645	0,047
(invention)				
Essai 9	0,5	0,576	0,375	0,050
(invention)				

Tableau 2

Dans les essais de référence, on obtient comme d'habitude un accroissement de FN et une décroissance de FT lorsque l'épaisseur du produit plat-décroît.

Les échantillons obtenus par le procédé selon l'invention présentent un facteur de Kearns FT significativement plus élevé que les échantillons de

5

référence. Si FT se situe autour de la valeur 0,33 (d'où la limite inférieure de 0,30 pour le FT des tôles selon l'invention) et si une grille est fabriquée à partir d'une portion du produit plat qui a été découpée selon une orientation adéquate, il est possible d'assurer qu'au cours de son utilisation, cette grille ne présentera que de faibles variations de la section de ses cellules en l'absence de corrosion/oxydation et d'hydruration significatives. Si FT est plus franchement supérieur à 0,33, la tendance au rétrécissement sous irradiation qui en résulte résultant de la permet de compenser la croissance sous irradiation corrosion/oxydation et de l'hydruration de la grille lors de son utilisation dans des conditions prévues. On évitera ainsi à la fois les problèmes qui seraient liés à une croissance excessive de cette section sous irradiation (relâchement du serrage des crayons détériorant leur maintien) et les problèmes qui seraient liés à une réduction excessive de cette section sous irradiation (serrage trop important des crayons empêchant leur insertion et leur extraction).

5

10

15

20

25

30

Un examen des figures de pôles d'un exemple d'échantillon obtenu par le procédé selon l'invention correspondant à l'essai E5 (figure 2), pour lequel la teneur en Nb est de l'ordre de 1% et le dernier laminage à chaud a eu lieu à 900°C, montre que les textures sont nettement plus transverses (FT élevé et FN bas) que celles d'un échantillon de référence de mêmes composition et épaisseur finale correspondant à l'essai E2 (figure 1) pour lequel le dernier laminage à chaud a été effectué à seulement 780°C.

On constate également que le caractère transverse de la texture croît avec la température du laminage à chaud, qui est donc l'un des paramètres, avec la composition de l'alliage, sur lesquels on peut jouer pour obtenir un FT de la valeur désirée.

Pour une température de laminage à chaud donnée (par exemple 960°C), ce caractère transverse de la texture est encore accentué lorsque la température du transus $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ est abaissée, par exemple pour les teneurs en Nb-plus-élevées, ce-qui-peut avoir pour-effet que-le-dernier-laminage à chaud-a lieu dans le domaine β pur. C'est le cas pour l'essai δ précédemment décrit, et dans une-moindre mesure pour l'essai δ pour lequel le dernier laminage à chaud

a été effectué dans des conditions de réduction moins sévères et à une température de 780°C, donc dans le domaine $\alpha+\beta$ de l'alliage.

Du point de vue de la structure des échantillons, on ne constate pas de différence claire entre les produits de référence et les produits issus de l'invention après le laminage à chaud, à compositions et épaisseurs finales comparables.

Du point de vue des compositions des phases βZr et βNb et des précipités $Zr(Nb, Fe)_2$, on ne note pas non plus de différence sensible entre les essais de référence et les essais selon l'invention à composition de l'alliage comparable.

La résistance à la corrosion n'est pas, non plus, significativement affectée par l'utilisation du procédé selon l'invention.

A partir des produits plats selon l'invention, des grilles de maintien des crayons de réacteurs de centrales nucléaires sont fabriquées par les procédés habituels de mise en forme.

15

REVENDICATIONS

- 1. Procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce que :
- on élabore un lingot d'alliage de zirconium de composition, en pourcentages pondéraux ;

$$- Nb = 0.5 \text{ à } 3.5\%$$

- Sn = 0 à 1,5%

- Fe = 0 à 0.5%

-Cr + V = 0 à 0.3%

-S = 0 à 100 ppm

-0 = 0 à 2000 ppm

- Si = 0 à 150ppm

- 15 le reste étant du zirconium et des impuretés résultant de l'élaboration
 - on met en forme ledit lingot
 - on exécute un ou plusieurs laminages à chaud dudit lingot mis en forme, pour obtenir un produit plat, le dernier desdits laminages à chaud étant exécuté entre 810-(20 x Nb%) et 1100°C et n'étant suivi d'aucune opération de trempe
 - on exécute éventuellement un recuit du produit plat à une température n'excédant pas 800°C;
 - on exécute un ou plusieurs cycles de laminage à froid et recuit du produit plat, les dits recuits n'ayant pas lieu à plus de 800°C.
 - 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en No-de-l'alliage est de 0,5 à 1,5%.
 - 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit demier laminage à chaud est exécuté à une température de \pm 130°C autour de la température du transus $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ -de-l'alliage.
- 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que ledit dernier laminage à chaud est exécuté entre 900 et 1030°C.



5

10

20



- 5. Produit plat d'alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce qu'il est obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 4.
- 6. Grille de maintien des crayons de combustible dans un réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par mise en forme d'un produit plat selon la revendication 5.

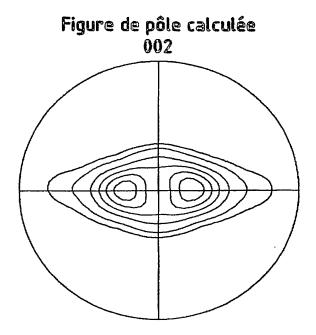


Figure de pôle calculée 100

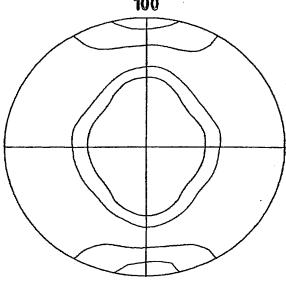


FIG.1

Figure de pôle calculée 002

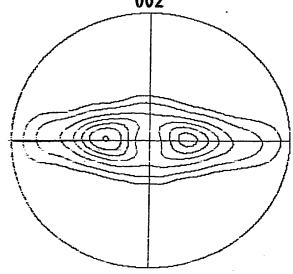
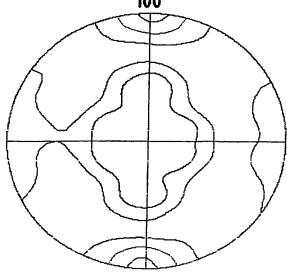


Figure de pôle calculée 100





BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer: INPI DIRECT (►) NR Indigo) 0 825 83 85 87 DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page Nº A. /A.

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

0.15 € FIC/mh		Machiente de 2011 has les memos beresimes				
écopie : 33 (0)1 53 04	52 65	Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire	DB 113 @ W / 210103			
os références p	our ce dossier (facultatif)	BFF 03P0152				
V° D'ENREGISTR	EMENT NATIONAL	03/1967				
TITRE DE L'INVE	NTION (200 caractères ou esp	paces maximum)	İ			
plat ains	'élaboration d' i obtenu et gr de ce produit p	un produit plat en alliage de zirconiu ille de réacteur de centrale nucléaire plat.	m, produit e réalisée			
LE(S) DEMANDE	UR(S):					
		ZIRCONIUM-CEZUS				
DESIGNE(NT) E	N TANT QU'INVENTEUR	(S):				
Nom Nom		BARBERIS				
Prénoms		Pierre				
Adresse	Rue	309 Chemin des Cèdres				
	Code postal et ville	11111 73400 UGINE	FRANCE			
Société d'app	partenance (facultutif)					
Nom		SIMONOT				
Prénoms		Claude				
Adresse	Rue	41 rue St Barthelemy	:			
	Code postal et ville	61300 L'AIGLE	FRANCE			
Société d'appartenance (facultatif)						
Nom						
Prénoms						
Adresse	Rue		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			
-Code-postal-et-ville						
Société d'appartenance (facultatif)						
S'il y a plus	S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.					
DU (DES) D OU DU MAI	GNATURE(S) SEMANDEUR(S) NDATAIRE ralité du signataire)	Paris, le 8 octobre 2003 B. DOMENEGO n° 00-0500				

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.